

(b)

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-265149

(43) 公開日 平成4年(1992)9月21日

(51) Int.Cl.⁵
B 01 J 13/00
A 61 K 7/00
B 01 J 13/06

識別記号 庁内整理番号
A 6345-4G
T 7327-4C

F I

技術表示箇所

8317-4G B 01 J 13/02

E

審査請求 未請求 請求項の数19(全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平3-277011

(22) 出願日 平成3年(1991)9月27日

(31) 優先権主張番号 9021061.8

(32) 優先日 1990年9月27日

(33) 優先権主張国 イギリス (GB)

(71) 出願人 391020296

クエスト・インターナショナル・ビー・ブ
イ

QUEST INTERNATIONAL
BESLOTEN VENNOOTSH
AP

オランダ国、エヌエル-1411 ジーピー、
ナーデン、ヒュイゼルストラートウエグ
28

(74) 代理人 弁理士 山崎 行造 (外2名)

最終頁に統く

(54) 【発明の名称】 包封する方法及び包封された物質を含有する製品

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、疎水性物質を包封する方法及び疎水性物質を含有するミクロ包封体を提供することを目的とする。

【構成】 本発明の方法は、実質的に100nm以下の粒度を有するシリカの水性分散体を用いる。シリカ分散体と包封される物質を高剪断混合を行いエマルジョンを生成し、そのエマルジョンをゲル化する。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 実質的に100nm以下の粒度を有するシリカの水性分散体を生成し、その後、前記分散体を包封されるべき物質と高剪断混合することによりエマルジョンを形成する、物質を包封する方法において、包封される物質が疎水性であり、前記エマルジョンにゲル化剤を添加することにより前記エマルジョンを安定化することを特徴とする方法。

【請求項2】 シリカ粒子が、実質的に50nm以下、好ましくは5乃至20nmの粒度を有するコロイドシリカ又はヒュームドシリカの形態である、請求項1に記載の方法。

【請求項3】 包封される物質対シリカの重量比が少なくとも1.5:1であり、好ましくは2:1より大である、請求項1又は請求項2に記載の方法。

【請求項4】 ゲル化工程が、エマルジョンを酸性化する工程及び/又は塩及び/又は陽電荷表面活性剤を添加する工程を包含する、請求項1乃至請求項3のいずれか1請求項に記載の方法。

【請求項5】 ゲル化生成物を乾燥する、請求項1乃至4のいずれか1請求項に記載の方法。

【請求項6】 包封体の多孔度を低減させるために包封体に追加の物質を被覆する、請求項1乃至5のいずれか1請求項に記載の方法。

【請求項7】 追加の物質が液晶形成表面活性剤又は澱粉又はその他の重合体である、請求項4に記載の方法。

【請求項8】 包封体に外部被覆を形成する陽電荷物質を添加することによりエマルジョンをゲル化する、請求項1乃至3のいずれか1請求項に記載の方法。

【請求項9】 前記物質が陽電荷重合体及び/又はガム及び/又はシリコーンである、請求項8に記載の方法。

【請求項10】 包封される物質が包封体の重量の60%以上を構成する、請求項6乃至9のいずれか1請求項に記載の方法。

【請求項11】 疎水性物質対シリカの装填が少なくとも1.5:1である、疎水性物質を含有する外部シリカ層を含むミクロ包封体。

【請求項12】 乾燥された粒子の形態である、請求項11に記載のミクロ包封体。

【請求項13】 液体基剤中の添加物として、請求項11に記載のミクロ包封体を含む製品。

【請求項14】 ミクロ包封体が風味及び/又は芳香及び/又は化粧用成分を与える、請求項12又は請求項13に記載の製品。

【請求項15】 疎水性物質が香料及び/又は化粧用成分である請求項1乃至10のいずれか1請求項に記載の方法により製造されるミクロ包封体を少なくとも0.02重量%含有する化粧品。

【請求項16】 皮膚用クリームとして配合された請求項15に記載の製品。

【請求項17】 疎水性物質が香料である請求項1乃至10

50

2

のいずれか1請求項に記載の方法により製造されるミクロ包封体の少なくとも0.02重量%を含有する洗剤。

【請求項18】 洗濯用洗剤又は家庭用クリーナー又は漂白剤又はシャンプー又はヘヤーコンディショナーとして配合された請求項17に記載の製品。

【請求項19】 疎水性物質が風味物質及び/又は食品成分及び/又は治療剤である請求項1乃至10に記載の方法により製造されたミクロ包封体を少なくとも0.01重量%含有する口内衛生製品。

10 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、包封、特に疎水性液体を包封する方法及び、前記液体を含有する包封された生成物に関する。必ずしもその他のものを除くものではないが、本発明は、特に例えば基剤生成物に芳香又は風味を与えるものとして用いられる包封生成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 包封する物質としてシリカ粒子を用いるミクロ包封をする多くの公知の方法がある。その機能は20 包封された物質の放出を遅延させるが従統的にすることである。米国特許第4,440,542号及び米国特許第4,579,779号に例示されているその1つのタイプは、シリカ粒子が、その細隙中に包封される物質、特に液体を保有する開孔されたマトリックスを形成する。そのような構造において、外部細孔が露出し、そして包封された物質の、化学的反応によるか又は浸出による早すぎる放出から、適当に保護されていない。さらにこれらの多孔性構造は包封された物質の物理的吸着に依存し、比較的限られた液体-シリカ比又は装填しか有し得ない。このことは多孔性構造の密度を増加することにより逆らうことになるので、包封される物質の放出が早すぎる傾向がある場合、この短所はより著しくなる。

【0003】 この多孔性構造は、米国特許第4,464,317号に例示されているように実質的に不浸透性の外部殻で改良された形態に製造され得る。これにより包封された物質の浸出が防止されるが、達成され得る装填をさらに低減させる。米国特許第4,464,317号に記載された方法のその他の短所は、その方法により、多くの工程に適切でない比較的大きなサイズ（例えば500ミクロンより大）の粒子が生成されることである。

【0004】 欧州特許出願公開第294206号に記載された他のタイプの方法では、包封された液体の分散された小滴を含有する多孔性の球形のシリカ粒子が形成される。50重量%以下、これは驚くべき数字ではないが、のシリカの装填が達成され得るといわれており、香料を包封するときは湿潤により香りのかなりの増大を生じるといわれているので、なお乾燥生成物はかなりの多孔度を有している。さらに、その生成物の製造は複雑で長い。

【0005】 欧州特許出願公開309,054号に記載の他の方法では、潤滑油の小滴が、エマルジョンを安定化する

シリカ粒子で被覆されている水性エマルジョンが生成されている。その油は、コロイドシリカから製造された部分的に疎水性化されたシリカ分散体に添加され、その混合物は高剪断ミキサー中で均質化される。生成するエマルジョンにおいて、油の小滴は、圧力表面間である場合のように、圧力により破断されるまで安定であるシリカ被覆小滴として保有され、潤滑フィルムを生成する。

【0006】しかし、実施例は、芳香物質及び風味物質のような疎水性物質を用いてそのようなエマルジョンが生成される場合、それは補助なしでは水中に溶解せず、このエマルジョンを消費製品への添加物質として有用に用いることはできない。なぜなら、乳化した物質は表面活性剤のような他の成分により、洗浄剤又は洗剤又は化粧品中の鉱油中に接触し溶解することができるからである。その後にその生成物中にシリカ被覆小滴を混合したときに、乳化した物質は簡単に分散する。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の一つの面により、実質的に 100nm 以下の粒度を有するシリカの水性分散体を生成し、前記分散体を、包封される物質と高剪断混合をすることによりエマルジョンを形成し、前記エマルジョンをゲル化する、疎水性物質を包封する方法が与えられる。ゲル化は一般的にゲル化剤を添加することにより有利に達成される。

【0008】ゲル化工程により、エマルジョン中の疎水性物質の個々の小滴の周囲にシリカ粒子の殻様の構造が形成されるか又は安定化されるということが観察により示される。生成する包封体は、特定の用途においてそれ自体用いられるのに十分な安定性を有する。さらに、本発明者らは、そのような殻様の構造に十分な強度及び、包封された物質に関して十分な程度の不浸透性を与えることが可能であることを見出だした。

【0009】本発明者らは、形成されたその殻様の包封構造が疎水性物質の比較的高い装填を保有することが可能であることも見出だした。従って、本発明の他の面によれば、疎水性物質対シリカの装填が少なくとも 1.5 : 1 であり、好ましくは 2 : 1 より大きく、例えば 100 : 1 までである疎水性物質を含有する外部シリカ層を含むミクロ包封体が提供される。

【0010】ミクロ包封体が添加される典型的な製品には、皮膚用クリーム及び日焼け止め配合物のような化粧品、洗濯用洗剤、家庭用クリーナー、シャンプー、ヘヤーコンディショナー及び漂白剤のような洗剤及び、歯磨剤のような口内衛生製品が含まれる。その製品及びその用途により、包封は、貯蔵中又は高温処理中の蒸発による損失又は化学的劣化（特に他の悪影響を及ぼす成分を含有する製品において）に対して物質を保護するため、使用時に物質のねらいを改善する（例えば洗浄中及びコンディショニング中織物への香料の沈着及び特に加熱、剪断又は溶解を通して意図する分布を助けるため、又は

抑制された放出及び蒸発により活性（芳香又は風味）を延長させるために用いる。

【0011】

【課題を解決するための手段】適するそして都合の良いシリカ物質にはコロイドシリカ及びヒュームドシリカが含まれる。コロイドシリカはアルカリ溶液（pH > 9）として市販されており、そして水性分散を助けるために疎水性化物質を添加し得る。適する疎水性化物質にはセチルトリメチルアンモニウムプロミド（CTAB）のような陽電荷表面活性剤が含まれる。ヒュームドシリカは、疎水性化物質を必要としない酸性エマルジョン（pH 3 - 5）を形成する。

【0012】水性分散体中において疎水性の性質を有するシリカ粒子を用いることにより又は、疎水性化物質を添加することによってそのような性質が与えられることにより、高剪断混合が起こるにつれ水と疎水性物質の間の界面で粒子が集中する傾向があり、そして（分散された）疎水性物質を被覆する。実際、シリカの重量に少なくとも等しい重量の乳化された疎水性物質を用いて、乳化物質対シリカが比較的高割合であるシリカ安定化エマルジョンを得ることが可能であることがわかる。しかし、この工程でシリカ粒子は非常に弱く結合し、製品に混合するときに疎水性物質を安定して保有することができない。

【0013】シリカ粒子の初期被覆の多孔性は、100nm 以下であるシリカの粒度に、ある程度、関係する。比較的小さな、好ましくは 5 乃至 50nm、より有利には 5 乃至 20nm の範囲の粒度を有するシリカを用いることにより、乳化後に強化されそして実質的に不浸透性にし得る殻様構造が得られる。充填を改良するためにそしてそれによりさらに殻様構造の安定性を改良するために、異なるサイズのシリカ粒子の混合物も用いられ得る。

【0014】乳化後の処理にはゲル化工程が含まれる。適当なゲル化剤を用いてその工程を達成することで十分であるが、そうでない場合はゲル化工程の後にさらに処理を行うことができる。

【0015】第一の場合は、それ自体がシリカ殻に結合するにつれ、カプセルの外部層を形成することができる電荷重合体又はガム又はシリコーンのような陽電荷化合物を用いてコアセルベーション法でゲル化工程を、行うことができる。

【0016】その代わりに、酸を添加することによって、又は表面活性剤又は塩化カルシウムのような塩を添加してシリカ殻の電荷状態を賦課することにより、約 8.0 乃至 5.0、好ましくは 6.5 乃至 5.5 の pH 値にエマルジョンを酸性化することによってゲル化を達成することができる。この操作により、その生成物は、例えば徐放性空気洗浄剤（air freshener）又はカーペット洗浄剤（carpet freshener）又は脱臭剤のような限られた用途に有用となる。しかし、ほとんどの目的のために、シリカ殻

の多孔度を低減させるため及び／又は例えば破断に対するカプセルの強度を増大させる目的のような、包封生成物の有効な保有を改良するためにさらに処理を必要とする。

【0017】ゲル化生成物において包封体の多孔性を低減するために利用できる多くのその他の処理がある。その選択は所望の最終生成物の形態（例えば液体であるか又は固体である）に依存する。例えば、ゲル化の後に、加熱するか又は乾燥剤を添加することにより、例えば、空気洗浄剤又は洗濯物洗剤において芳香を保有するために、粉末配合物中に用いるのに適した乾燥生成物を得ることができる。

【0018】他の処理形態では、ゲル化物質に液晶形成表面活性剤又は重合体のような適した物質を配合することにより包封体に外部被覆をすることができる。適する表面活性剤は主な分類（すなわち、非イオン性、カチオン性、アニオン性及び両性）のいずれからか選択され、適切にすることによって、ステロイドのような構造化補助物質を含めることにより液晶構造を形成する能力が補助される。適する表面活性剤の例としては、ポリエトキシル化脂肪アルコール【例えば（P.O.E.（2）セチルアルコール】、ソルビタンエステル（例えばソルビタンモノステアレート）、グリセロールエステル（例えばグリセロールモノステアレート）、燐脂質（例えばフォスファチジルコリン）、脂肪アルコール（例えばセチルアルコール）及び第四級物質（例えばジメチルジタロウアンモニウムクロリド）がある。

【0019】適する重合体の例としては、澱粉、化工澱粉、その他の多糖類（例えばガム類）、多糖類誘導体及び、シリコーン脂、ポリアクリル酸類（ポリアクリル酸アミド）及びポリビニルピロリドンのような合成重合体がある。

【0020】液晶形成表面活性剤と処理されると、特に、カプセルは破断に対して、特に磨耗に対してより大きな抵抗が与えられ、このことは、歯磨剤の風味物質又は日焼け止め配合物のような製品の効力を改良する。澱粉を添加することは、いくらかの芳香剤が、その製品が乾燥する間に溶液から沈殿するにつれ澱粉によっても保有され、そしてカーペットを乾燥した後にゆっくりと芳香が放出されるので、例えばカーペット洗浄剤配合物における、芳香剤に適している。好ましくは、さらに被覆物質を有するこれらの包封された物質は包封体の少なくとも60重量%を形成し、包封する物質の重量の30倍まで存在し得る。

【0021】本発明により製造されるミクロ包封体は、99%までのいずれか所望の割合で最終製品中に混合され得るが、ほとんどの目的には、特に最終製品がその中に遊離して分散された疎水性物質の追加量を有するときは、0.1乃至0.2%の最小割合が適している。

【0022】本発明を、本発明によるいくらかの工程及

び生成物の下記の実施例により例示する。実施例1乃至4の第一の群ではシリカ粒子を用いての初期エマルジョンの配合を記載する。

【0023】

【実施例】実施例1

0.01gのC.T.A.Bを75gの脱イオン水に溶解させた。その後に、25gのコロイドシリカ（E.I.DuPont de NemoursからのLudox HS-40、平均粒度12nm）を水と混合して、クマリン0.5%、酢酸ベンジル極上品(extra)

10 4.0%、サリチル酸ベンジル10.0%、ジヒドロミルセノール(dihydromyrcenol)10.0%、シトロネロール10.0%、リクセトン(Lixetone)（商標名）8.0%、メチルジヒドロジヤスモネート5.0%、フェニルエチルアルコール10.0%、トラセオリド(Traseolide)（商標名）7.5%、ジャスモビラン(Jasmopyran)（商標名）フォルテ(forte)10.0%、リナロール10.0%、ヘキシルシンナミックアルデヒド8.0%、イソロンギフォラノン(isolongifolanone)3.0%、スチラリルアセテート(styralyl acetate)1.0%、メチルイオノン3.0%の配合を有する香料を包封するために均質な分散体を形成させた。前記香料75gを前記分散体に、例えばシルバーソン(Silvesson)ミキサーのような高剪断ミキサー中で約30秒間混合しながら添加した。香料の小滴がシリカにより包封されている約9のpHを有する乳白色のエマルジョンが得られた。その包封体の大きさは2乃至5ミクロンであり、シリカ対包封された物質の重量比が1:7.5であることがわかった。

【0024】実施例2

C.T.A.Bを用いずに、78gの脱イオン水、2gのヒュームドシリカ（デグッサ・アクチングゼルシャフトからのAerosil 300、平均粒度7nm）と疎水性物質として風味物質20gを用いて実施例1の工程を繰り返した。風味物質の配合は、アネトール7.06%、カルボンラエボ(carvone laevo)8.90%、メントールラエボ10.0%、ペバーミントアメリカン23.0%、スペアミントアメリカン5.1.0%、パニリン0.04%であった。高剪断混合により約3.5のpHを有する乳白色エマルジョンが製造された。粒度は2乃至30ミクロンの範囲であり、シリカ対包封された物質の重量比は1:10であった。

【0025】実施例3

Ludox HS-40 15gと粒度7nmを有するLudox SM 5gを用いて脱イオン水60g中の水性分散体を調製した。分散体を日焼け止め活性のパルソル(parsol) MCX (Givaudan製) 20gと高剪断ミキサー中で混合し、約10のpHを有する乳白色エマルジョンを生成した。粒度は5乃至10ミクロンの範囲であり、シリカ対包封された物質の重量比は1:2.66であった。

【0026】実施例4

実施例1の操作を用いて、59.5gの脱イオン水及び0.5gの、12nmの粒度を有するエアロシリ(Aerosil) 200

7

から均質の分散体を調製した。この分散体を、ガラクソリド(Galaxolide)（商標名）7.5%、リクセトン(Lixetone)（商標名）12.0%、リリアル(Lilial)7.0%、サリチル酸ベンジル7.2%、ヘキシリシンナミックアルデヒド13.0%、メチルジヒドロジャスモネット14.6%、フェニルエチルアルコール9.0%、ジプロピレングリコール18.0%、リツシア・キュベバ(litsea cubeba)5.0%、クマリン0.06%、リナロール3.6%、サリチル酸ヘキシル3.04%の配合を有する香料30gと混合した。約3.5のpHを有する乳白色のエマルジョンを生成した。その粒度は2乃至10ミクロンであり、シリカ対包封された物質の重量比は1:60であった。

【0027】これらの実施例で得られたエマルジョンは、製品基剤に添加されるとき不安定であり、シリカ被覆は非常に多孔性であることを示した。その結果、包封された物質は結局、例えば水性基剤中に分散例えは溶解する。下記の実施例5乃至9の群ではゲル操作中にエマルジョンを酸性化し、ミクロ多孔性シリカ殻構造を与えた。多孔度が低減し、上記のように、ある最終の用途に適した生成物を生成するが、包封を完成するために一般的にさらに工程を行うことが望ましい。

【0028】実施例5

0.5モルのHCl（水性）を用いて、実施例1のエマルジョンのpHを6.5に調整し、72時間放置した。振盪すると破断して流動的なエマルジョンを生じる濃厚なクリームを生成した。

【0029】実施例6

0.5モルのHCl（水性）を用いて、実施例3のエマルジョンのpHを6.0に調整し、そのエマルジョンを48時間放置した。これにより、振盪すると破断し、流動的エマルジョンを生成する濃厚なクリームを生成した。その後に、pHを7.5に挙げてエマルジョンの安定性を高めた。

【0030】実施例7

0.1モルの塩化カルシウム（水性）5gを実施例1で得たエマルジョン100gに添加した。ゲル化が数日間で起こった。

【0031】実施例8

0.1モルの塩化カルシウム（水性）10gを実施例2で得られたエマルジョン100gに添加した。迅速にゲル化が起こり、濃厚なクリーム状生成物が生成した。

【0032】実施例9

0.5モルのHCl（水性）を用いて実施例9のpHを6.5に調整し、その後に5%w/wの塩化カルシウムの水溶液10gをエマルジョン50gに添加した。迅速なゲル化が起こった。

【0033】下記の実施例10乃至15の群は、実施例5乃至9の群の処理により生成されたようなゲル化中間生成物に対する、その多孔度を低減させるか又は粒子状最終用途に、より良好に適合させるための最終処理を例示す

50 るものである。

【0034】実施例10

ステアリルアルコール4g、ソルビタンモノステアレート【スパン60 (I C I speciality Chemicals)】及びラウリル硫酸ナトリウム0.25gを加熱により一緒に配合し、均質な液体を生成させた。その後に、この3つの表面活性剤の混合物を、同じ温度に加熱した、実施例7で得られたゲル化生成物50gに、穏やかに攪拌しながら添加した。攪拌は冷却しながら行った。得られた生成物は水性洗剤に混合するのに適したクリーム状の安定したエマルジョンであった。

【0035】実施例11

カプセル(Capsul)形態の澱粉（ナショナル・スター）5gを脱イオン水40g中に溶解した。その溶液を実施例5で得られたゲル化生成物50g中に分散させた。得られた生成物はカーペット洗浄剤に適していた。

【0036】実施例12

実施例5で得られたゲル化生成物50gをトリポリ磷酸ナトリウム50gを用いて脱水し、洗濯用洗剤粉末中に用いられ得る芳香を保有する乾燥粉末を得た。

【0037】実施例13

実施例5で得られたゲル化生成物を風乾し、洗濯用洗剤粉末中に用いられ得る60%w/wの香料を含有する乾燥粉末を得た。

【0038】実施例14

実施例9で得られたゲル化生成物50gを製造したが、包封される物質として実施例2で記載した風味物質を用いた。そのゲル化生成物をグリセロールモノステアレート4.5g及びC TAB 0.5gを用いて実施例10の方法によりさらに処理した。得られた生成物は風味を有する歯磨剤に適していた。

【0039】実施例15

実施例6で得られたゲル化生成物50g、アラキジルアルコール(arachidyl alcohol)4.5gとDTB 0.5gを用いて実施例14の方法を行ない、日焼け止め剤を保有した包封体を生成した。

【0040】実施例16

実施例10の方法の後に、実施例9で得られたゲル化生成物50gをPOE(2)セチルアルコール、Brij 52 (I C I speciality Chemicals)4.5g及びラウリル硫酸ナトリウム0.5gと混合した。その生成物は芳香を有する硬表面クリーナーに適した安定なエマルジョンであった。

【0041】実施例1乃至4で得られたような初期エマルジョンを複合コアセルベーション法においてゲル化し、殻を実質的に不浸透性にする程度にまでシリカの多孔度を低減させ、そして包封体の強度を増大した。この操作を下記の実施例17乃至21に例示した。

【0042】実施例17

1モルのHCl（水性）を用いて実施例2のエマルジ

ヨンのpHを7.5に調製した。6時間放置した後、アラビアゴムの10%水性溶液1gをエマルジョン100gに添加した。その生成物は歯の保護配合物中の含有物に適していた。

【0043】実施例18

0.5モルのHCl(水性)を用いて、実施例3で得られたエマルジョンのpHを7.0に調整した。第四級型(quaternised)澱粉誘導体セルコート(Celquat)L-200(National Starch Inc.)の5%水溶液2gをエマルジョン60gに添加した。日焼け止め調製物中に混合するのに適する濃厚なクリーム状生成物を得た。

【0044】実施例19

実施例1の方法に従って、しかし、香料37.5gを用いて製造されたエマルジョンのpHを0.5モルのHCl(水性)を用いて7.5に調製した。カチオン性シリコン・アビルコート(Abilquat)3270(Th. Goldschmidt AG)2gをそのエマルジョン75gに添加した。その生成物は、ヘーコンディショナー中の含有物に適した、安定なエマルジョンであった。

【0045】実施例20

pHを約7に調整し、そのpHに維持しながら、実施例1で得られた生成物に5%w/wのクリスタル(Crystal)100[クロスフィールド・ケミカルズ・リミテッド(Crofield Chemicals Ltd.)]、珪酸ナトリウム配合物を添加した。エマルジョン小滴の周囲に珪酸ナトリウムをゲル化するために、2%w/wの塩化カルシウムの0.5モル水溶液を添加した。改良された包封体が得られた。

【0046】実施例21

pHを約7に調整し、そのpHに維持しながら、実施例2で得られた生成物に5%w/wのクリスタル100(クロスフィールド・ケミカルズ・リミテッド)、珪酸ナトリウム配合物を混合した。2%w/wのセルコート(Celquat)(ナショナル・リサーチ・リミテッド)の5%水溶液を添加して、エマルジョン小滴の周囲に珪酸ナトリウムをゲル化した。その生成物は口内衛生製品に風味付けするのに適していた。

【0047】前記実施例の包封された物質を水性基剤製品中に混合する実施例を下記に記載する。

【0048】実施例22

下記のような3相を最初に配合する(割合は最終生成物の重量%として表されている)ことにより歯磨剤を製造した。

(A) ソルビトール(70%水溶液)30.0%、モノフルオロ磷酸ナトリウム0.85%、水38.95%

(B) シロブランク(syloblanc)81(シリカ)(W.R.Gra

ce & Co.)20.0%、カルボキシメチルセルロースナトリウム1.60%、二酸化チタン0.50%

(C) ソルビトール(70%水溶液)5.0%、水酸化ナトリウム(50%水溶液)0.40%、エンビコール(empicoll)LXV[アルブライ特・アンド・ウィルソン(Albright and Wilson)]1.50%、サッカリン0.20%

相A及びBを高剪断下で30分間十分に混合した。その後に相Cを40°Cの温度を維持しながら真空下に攪拌した。風味物質を含有する包封した生成物の形態中1%の風味物質を低剪断下で15分間混合した。

【0049】本発明に従って用いられる包封体の安定化処理の比較有効性を試験するために、3つの歯磨試料を各々実施例2、8及び14の1つで得られた生成物を用いて基剤に添加し、4番目の試料を実施例14に従って処理された風味物質を用いて製造したが、予めシリカ粒子を用いて風味物質のエマルジョンを製造することはしなかった。一団の熟練した評価者はその生成物を評価し、実施例14で得られた、シリカで包封された生成物を含有する試料はより大きな風味力があることを報告した。

このことは、包封体のその他の試料のすべてと比較して、そのカプセルは使用時に放出する、実質的により多くの風味物質を保持することを示している。

【0050】実施例23

2相、(A) エマルギン(Emulgin)B1[ヘンケル・ケミカルズ・リミテッド(Henkel Chemicals Ltd.)3.0%、オイタノール(Butanol)G(ヘンケル・ケミカルズ・リミテッド)]22.0%、ミリスチン酸イソプロピル5.0%、グリセロールモノステアレート15.0%及び(B)ヒドロプレックス(Hydroplex)HHX(ヘンケル・ケミカルズ・リミテッド)3.0%、保存剤を十分量、精製水51.8%を最初に配合して皮膚用クリームを製造した。

【0051】各相を別々に70°Cに加熱した。その後、常に攪拌しながら相Bを相Aを混合し、生成するクリームが冷却するまで攪拌を続けた。その後、この生成物に香料を含有する包封体生成物を1%添加した。

【0052】皮膚用クリーム基剤を実施例1、7及び20の各方法により包封した香料を含有する4つの試験試料用に用いた。顕微鏡による検査では、実施例1及び7の包封体を用いた試料は不安定であり、第一に包封体は単に分散し、第二に香料が浸出したが、実施例10及び20の生成物は製品中で安定であった。

【0053】本発明に従って製造したミクロ包封体を混合する前記製品及びその他の製品はさらに遊離の芳香物質、風味物質等の疎水性化合物を含有することができることが理解されるであろう。

フロントページの続き

(72)発明者 ジヨン・エム・ビーハン
英国、ケント、アシュフォード、ケニントン、ポール・レーン、シャーメル（番地なし）

(72)発明者 ジエレミー・エヌ・ネス
英国、シーティー4・7 ジエイエヌ・ケント、カンタベリー、チャーサム、リバー・コート 22

(72)発明者 キース・デイー・バーリング
英国、デイエヌ24・8 エイチエス・ケント、アシュフォード、マルバーン・ロード

THIS PAGE BLANK (USPTO)